

USADA 0187

Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006

28423

**RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1****Votre demande d'analyses conventionnelles****Prélévement(s) du Dr BORDABERRY**

Sport : Cyclisme (UCI)  
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17<sup>ème</sup> étape à Morzine  
Date : 20/07/2006

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : 20/07/2006  
Type de matériel : Berlinger  
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 3 échantillons reçus)  
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07\_995474

**Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)**

Date de début des analyses : 21/07/2006

**Méthodes de dépistage utilisées** : chromatographies gazeuse (ES02, ES02C\*, ES04, ES05\*) et liquide (ES03, ES03B\*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B\*).

**Conclusions :** ( $pH = 5.2$        $d = 1.025 \pm 0.002$ )

**T/E estimé à 11.4 (variation maximale admissible = 30%)**

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL  
(Variation maximale admissible = 30 %)

**Rapport supérieur au seuil de 4**

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2

**RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1 (SUITE)**

**Conclusions (Suite) :**

**L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.**

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5α-Androstanediol.

**Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :**

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (*variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰*)

*Dépistage :* Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

*Confirmation :* Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

NB : Autres essais (ES02, ES02C\*, ES03, ES03B\*, ES05\*, ES06 et ES08B\*) : Recherche de substances dopantes négative

J. de CEAURRIZ  
Directeur

**Destinataires :**

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

**Pour information :**

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète - 33700 MERIGNAC)

\* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

2 / 2



USADA 0190

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-Remisconf- 0 Version : B Date : 15/01/2004
		1/1
<b>FICHE DE REMIS - Confirmation</b>		

Date de la première préparation :	29/01/06
Répertoire de la première analyse :	MSD 201 juil 66 / 2707 / 1780474
Numéro de série :	178/07
Numéro échantillon :	99SLU74
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali - Semi quanti - Quant - EPO (*)
Remis le :	23/01/06

(\*) Entourer la mention correspondante à la confirmation effectuée

Cause : SI Scabb dans l'échantillon hydrolysé, Pie à l'inhibiteur de dénaturation observé au screening.

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier d'analyse de la série.

**CONFIDENTIEL**

Codification : L-CONF-01

Date : 09/06/2006

1/3

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)			ASSURANCE QUALITE
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE <b>SPECIMEN</b>				LNDD

Produits confirmés	Essai	Instructioos	Mod op extractioo	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Methylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrines	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*) par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONE-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupefiant (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)			Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006				
				2/3 <i>CONFIDENTIEL</i>				
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE								
<b>SPECIMEN</b>								
Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)			
Epoxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)			
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)			
Zeranol et Taleranol ( $\alpha$ et $\beta$ Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI			
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)			
Quali I9Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)			
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)			
Quanti I9Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)			
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)			
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)			
$\beta$ -Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI			
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI			
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI			
Analyse C12/C13 des métabolites de la testosterone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/CIRMS			
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)			
Reprotorol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)			
Salbutamol	ECI8B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)			
Salbutamol en MS2	ECI8E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)			
Quanti Salbutamol >500ng/mL	ECI8G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)			
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immuno-detection			
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)			
Hormones péptidiques : LH - $\beta$ -hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immuno-fluorescence quantitative - Immuno-chromatographic qualitative			
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)			
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI			
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI			
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI			
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI			

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT (LISTE)</b>	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
<b>LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE <u>SPECIMEN</u></b>		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

\* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

*CONFIDENTIEL*

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modificatiooo de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et bêta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

LNDD

## MODE OPÉRATOIRE

Codification : M-EX-04B

Version : E

Date : 01/12/2005

1 / 3

## METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

**SPECIMEN**

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether <i>étapes en gris clair</i>	Hydrolyse <i>étapes en trait épais</i>	Extraction - évaporation - dérivation <i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

## Matériel

Tube à vis (13\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

## Réactifs et produits

**CONFIDENTIEL**Dispensette  
Rolling

Diethylether (S06)

Centrifugeuse 4000tr/min

**APPLICABLE le**Pipette Pasteur  
Poire de prélèvement

01 DEC. 2005

Bain à sec

Azote

Becher

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Prise d'essai = 2 mL

Tube échantillon Gilson (12.5\*100)  
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Ajouter 50µL de SI

Pipette à poussée positive  
Cône eppendorf17aMethyltestosterone  
(SI3-) à 4mg/L

USADA 0195

182

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 2 / 3
<b>METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE</b>		

Ajouter la (ou les ) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	<b>SPECIMEN</b>
Ajuster à pH=7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C ( b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuguer 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

*CONFIDENTIEL*

LNDD

**MODE OPÉRATOIRE**

Codification : M-EX-04B

Version : E

Date : 01/12/2005

3 / 3

**METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE**

Opération	Personne chargée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Cerpolini</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	<i>De Ceaurriz</i>

**HISTORIQUE DES MODIFICATIONS**

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

**SPECIMEN***CONFIDENTIEL*

USADA 0197

18C

LNDD

## INSTRUCTION

Codification : I-EX-11

Version : A

Date : 14/02/2005

1 / 2

**EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO**

Documents cités : I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4

Méthode : Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min

Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

**1. Disposition des solvants**

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A : Méthanol

Voie B : Hexane      Ethanol 4/02/05

Voie C : Tert-butyle méthyle oxyde (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD**2. Préparation des solvants**

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

CONFIDENTIEL

**3. Lancement de la séquence d'analyse**

Effectuer les primés et les purges selon I-M-01.

Lancer l'extraction selon I-N-35.

**4. Résumé de la méthode d'extraction**

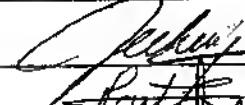
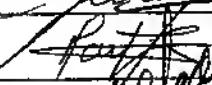
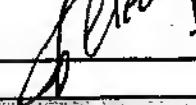
Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

USADA 0198

185

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 <b>2 / 2</b>
-------------	--------------------	--

**EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO**

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

**SPECIMEN**

**CONFIDENTIEL**

LNDD	ENREGISTREMENT			Codification : E-TE-03A Version : M Date : 13/09/2005
------	----------------	--	--	---

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC

Echantillon :	178107 991 995674	Mode opératoire d'extraction :	M-Fx-OUB	
Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
990706	pHmet n° : 7	29.9	5.22	E
990706	Refract n° 2		1.025	E

Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 920706 Heure de mise à l'ambiant : 9h05

Prise d'essai PE :	2 mL	Heure de la PE :	10h50	Paraphe :
Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Echantillon		1/ 1		/

Blanc 1631 1.022 1/ 1

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en mg/mL					
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI : Methyltestostérone	ST3-016	4mg/ml	50						10					
Epitestostérone	H7-033	1ng/ml	4	10	68				9.5	13				
	H7-032	1ng/ml		60					30					
	H7-033	10ng/ml			12				60					
Testostérone	H10-035	1ng/ml	4	60					2	30				
	H10-034	10ng/ml		36					180					
	H10-031	10ng/ml		72					360					

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	990706	11h02	11h24		E
Evaporation	990706	11h40	12h05	Bain à sec n° : à froid	E
Incubation				T (°C):	
Mise à pH	990706	12h10		Code tampon : T 190706-07	E
Hydrolyse	990706	12h12	13h17	Dlu enzyme : 22108106	E
				Etuve n° : 5	
Extraction	990706	13h30	14h45	Dlu NH4OH : RT n° : Gilson n° : 1	E
Stockage				Lieu :	
Evaporation	990706	14h50	15h35	Bain à sec n° : 17	E
Dérivation	990706	15h40	16h00	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 02108107 Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	E
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0200

181

TOLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

- (X) Save Copy of Method With Data  
( ) Pre-Run Cmd/Macro =  
(X) Data Acquisition  
(X) Data Analysis  
( ) Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC  
Injection Source: GC ALS  
Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp: 160 'C (On)  
Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 'C  
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0(Off)		

Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min

Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On)

Pressure: 175.0 kPa (On)

Split ratio: 12.1:1

Split flow: 11.7 mL/min

Total flow: 15.2 mL/min

Gas saver: Off

Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:1

USADA 0201

188

Capillary Column  
Model Number: Agilent 19091Z-002  
HP-1, 0.2mm \* 25m \* 0.1um  
Max temperature: 350 'C  
Nominal length: 25.0 m  
Nominal diameter: 200.00 um  
Nominal film thickness: 0.11 um  
Mode: constant pressure  
Pressure: 175.0 kPa  
Nominal initial flow: 1.0 mL/min  
Average velocity: 41 cm/sec  
Inlet: Front Inlet  
Outlet: MSD  
Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz  
Type: test plot  
Save Data: Off  
Zero: 0.0 (Off)  
Range: 0  
Fast Peaks: Off  
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1  
(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2  
(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater  
Description: Interface  
Initial temp: 280 'C (On)  
Initial time: 0.00 min  
# Rate Final temp Final time  
1 0.0(Off)

POST RUN

Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

---

Tune File : atune.u  
Acquisition Mode : SIM

MS Information

---

Solvent Delay : 2.50 min  
EM Absolute : False  
EM Offset : 400  
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1

Group ID : 1  
Resolution : Low  
Plot 1 Ion : 301.3  
Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)  
( 209.3, 50) ( 301.3, 50) ( 327.3, 50)  
( 341.3, 50) ( 417.3, 50) ( 431.3, 50)  
( 432.4, 50) ( 446.4, 50) ( 522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

---

DATA ANALYSIS PARAMETERS

---

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

---

Sort By: Signal

Output Destination  
Screen: No  
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:3

USADA 0203

185

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

---

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification Testostérone / Epitestostérone

Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

---

1) Méthyltestostérone

(ISTD TR)

Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Lvl	ID	Conc (ng/ml)	Response
1		100.000	3723520
2		100.000	3989786
3		100.000	S093742

ISTD conc: 100.000 ng/ml

Curve Fit: Linear

---

2) Epitestostérone

( )

Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Lvl	ID	Conc (ng/ml)	Response
1		5.000	149154
2		30.000	1136908
3		60.000	3173258

Curve Fit: Linear, forced through origin

---

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\22107.S

Comment:

Operator: 10

Data Path: D:\MSD20\JUL106\22107

Pre-Seq Cnd:

Post-Seq Cnd:

Method Sections To Run: On A Barcode Mismatch

(X) Full Method      (X) Inject Always

( ) Reprocessing Only      ( ) Don't Inject

Line Type      vial Datafile Method      Sample Name

1	Sample	1 R0	MAIN1	ms1pe
2	Sample	2 R01E	MAIN1	blu t300 e01 ms1pe
3	Sample	1 R1	MAIN1	ms1pe
4	Sample	3 BLU1E	MAIN1	blu t300 e01 ms1pe
5	Sample	4 177077480	MAIN1	177077480 ms1pe
6	Sample	1 R2	MAIN1	ms1pe
7	Sample	5 BLU1B	MAIN1	blu t300 e01 ms1pe
8	Sample	2 R01E	MAIN1	blu t300 e01 ms1pe
9	Sample	6 R02E	MAIN1	blu t300 e01 ms1pe
10	Sample	7 R03E	MAIN1	ms1pe
11	Sample	8 TPTE	MAIN1	cqte2
12	Sample	7 R5	MAIN1	ms1pe
13	Sample	X 9 BLU1E	MAIN1	blu t300 e01
14	Sample	X 10 178077474	MAIN1	178077474 te
15	Sample	X 11 1780774B	MAIN1	178077474 te SSH
16	Sample	7 R6	MAIN1	ms1pe
17	Sample	X 12 BLU1E	MAIN1	blu t300 e01
18	Sample	X 13 R01TE	MAIN1	blu t300 e01
19	Sample	X 14 R02TE	MAIN1	blu t300 e01
20	Sample	X 15 R03TE	MAIN1	blu t300 e01
21	Sample	16 CQTE	MAIN1	cqte 001
22				

Sequence vérifiée par

Remarques :

## DATA ANALYSIS PARAMETERS

---

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

### Percent Report Settings

---

Sort By: Signal

#### Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

### Qualitative Report Settings

---

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search      Minimum Quality  
DEMO.L                    0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

#### Output Destination

Screen: No

Printer: Yes

File: No

Generate Report During Run Method: No

### Quantitative Report Settings

---

Report Type: Summary

#### Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification du rapport T/E  
Calibration Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

Reference Window: 2.00 Minutes  
Non-Reference Window: 1.00 Minutes  
Correlation Window: 0.10 minutes  
Default Multiplier: 1.00  
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

---

- 1) Methyltestosterone (ISTD TR)

Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	301.30		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		100.000	4680010
2		100.000	4212735
3		100.000	5428625

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL  
Curve Fit: Linear

---

- 2) Epitestosterone ( )

Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	432.40		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		5.000	181309
2		30.000	1100720
3		60.000	3350917

Qualifier Peak Analysis ON  
Curve Fit: Linear, forced through origin

---

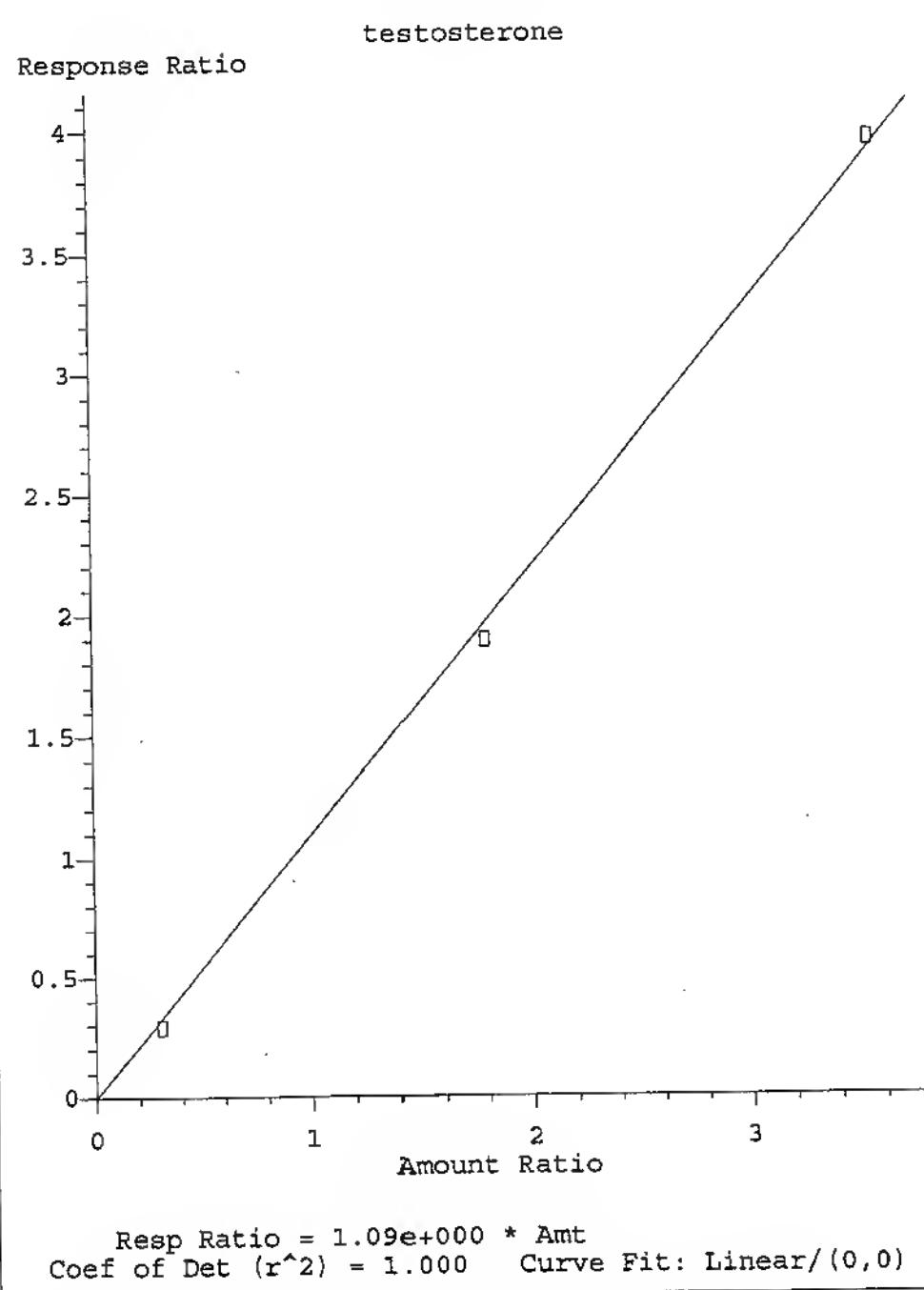
- 3) testosterone ( )

Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.

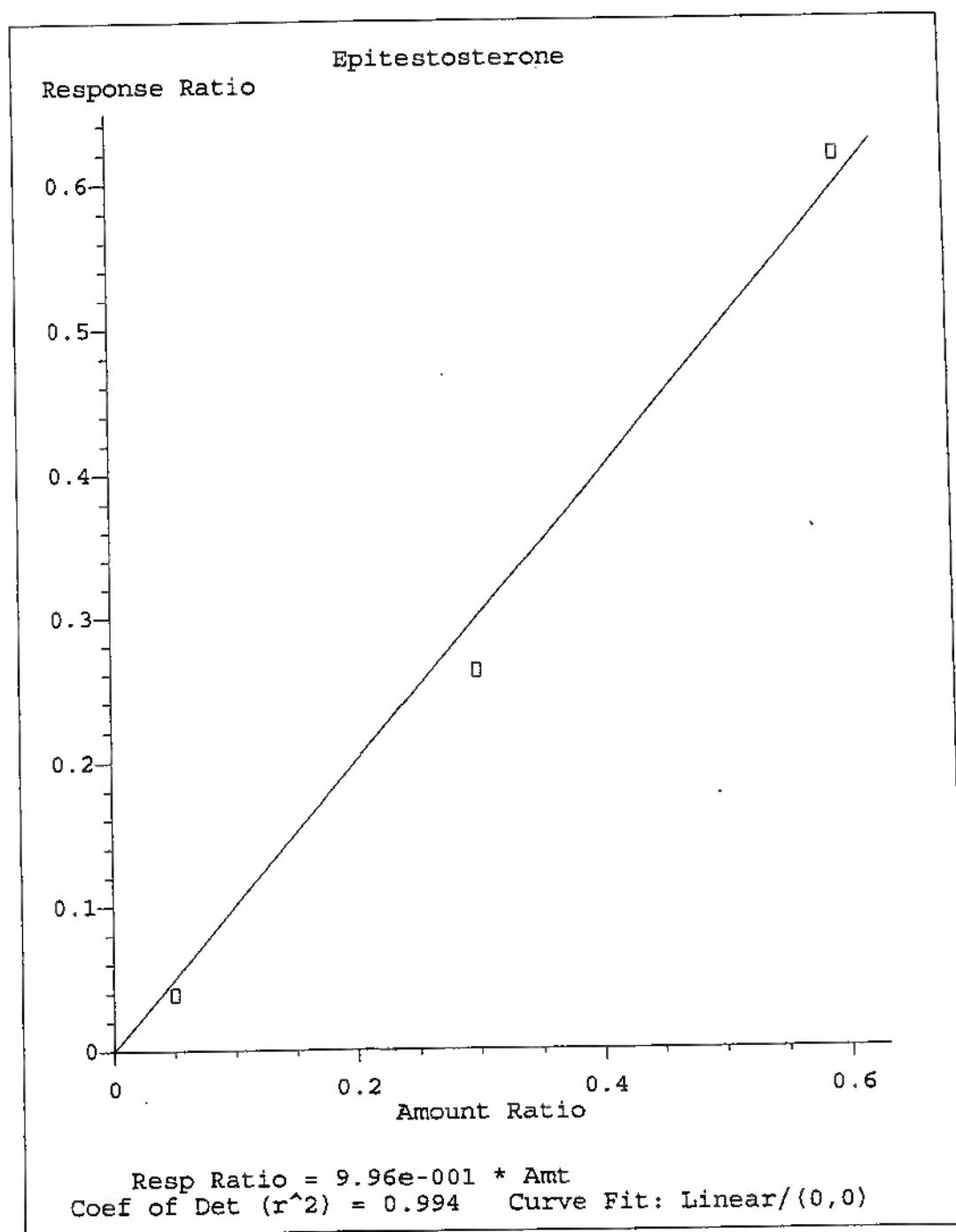
Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	432.40		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		30.000	1359912
2		180.000	7964015
3		360.000	21495301

Qualifier Peak Analysis ON



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



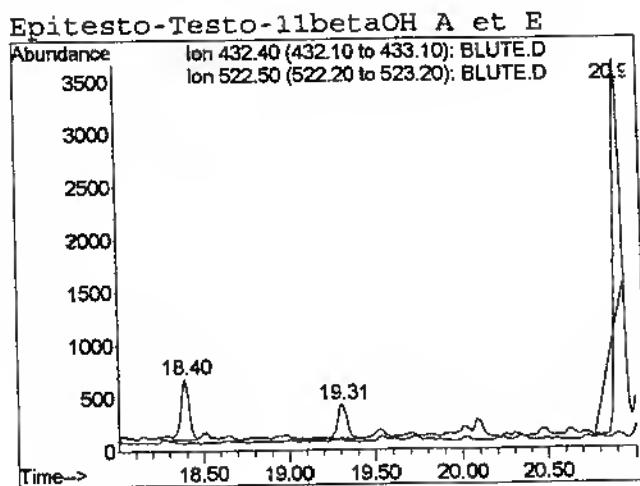
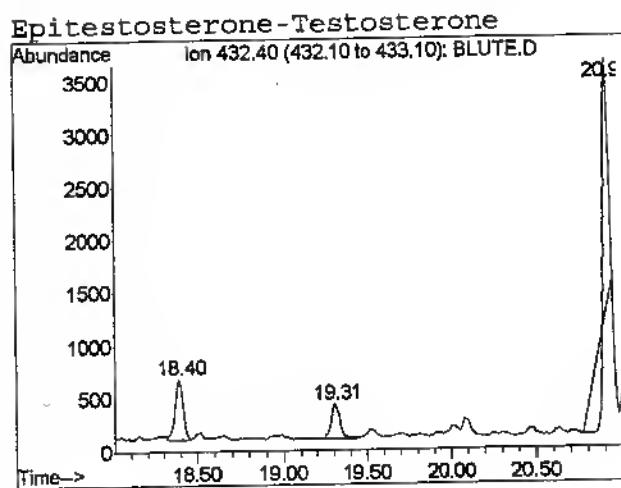
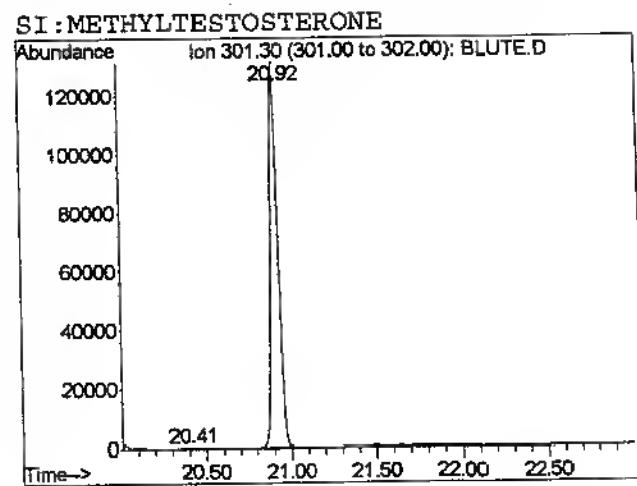
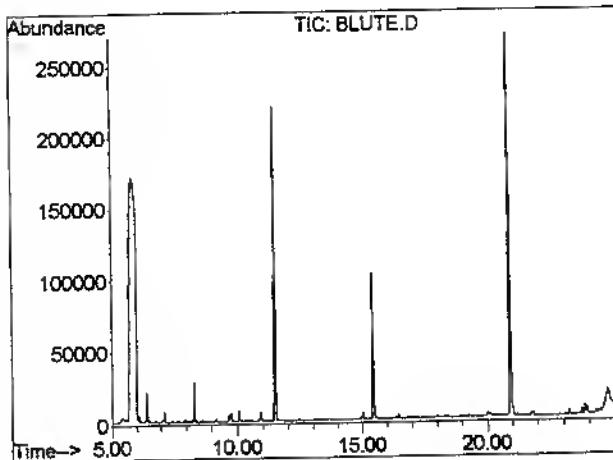
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M  
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

USADA 0209

192

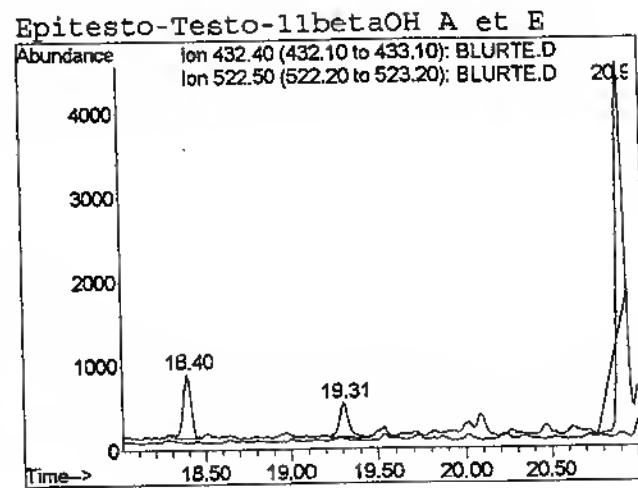
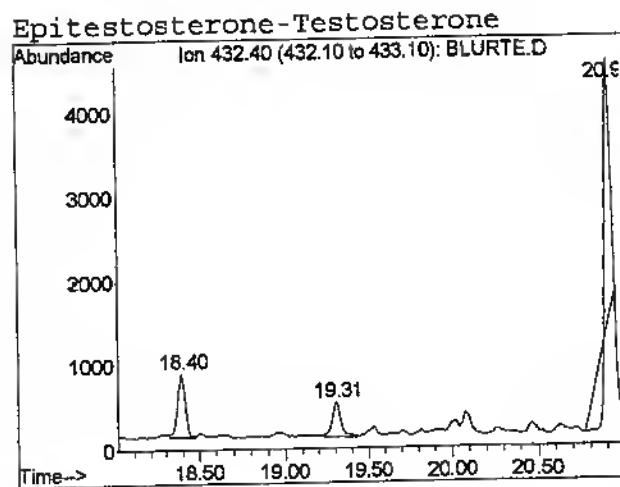
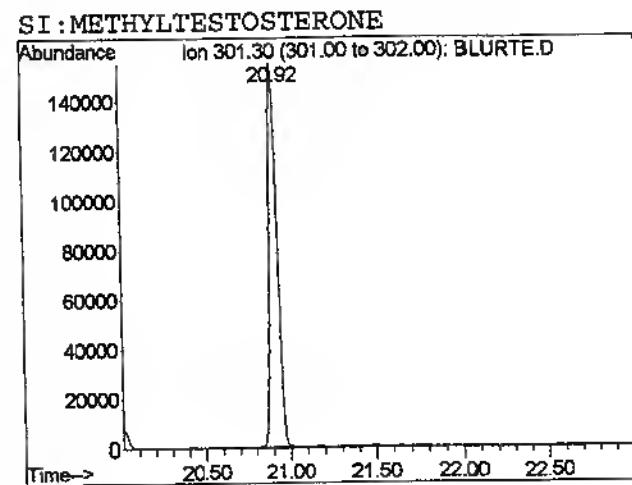
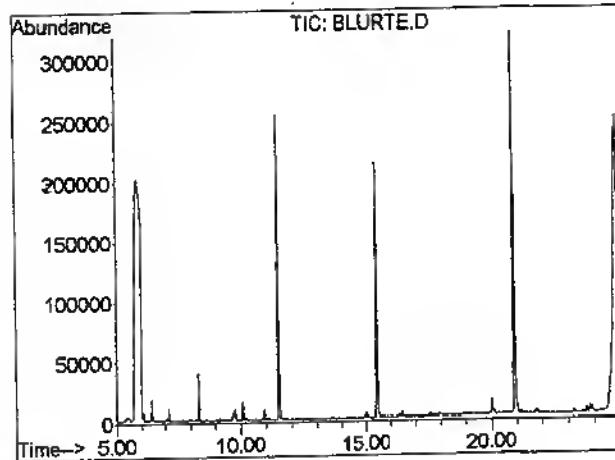
File: D:\Msd20\juil06\2207\BLUTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blute  
Misc Info:  
Vial Number : 9

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



File: D:\Msd20\juil06\2207\BLURTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blute  
Misc Info:  
Vial Number : 12

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



**Data File Path** D:\MSD20\JUIL06\2207\  
**Data File Name** 17807474.D  
**Operator** 18  
**Date Acquired** 7/22/2006 18:02  
**Acq. Method File** MAN27  
**Sample Name** 178/07 995474 te  
**Vial Number** 10  
**Calibration Title** Quantification du rapport T/E  
**Last Calibration Update** Mon Jul 24 12:54:54 2006

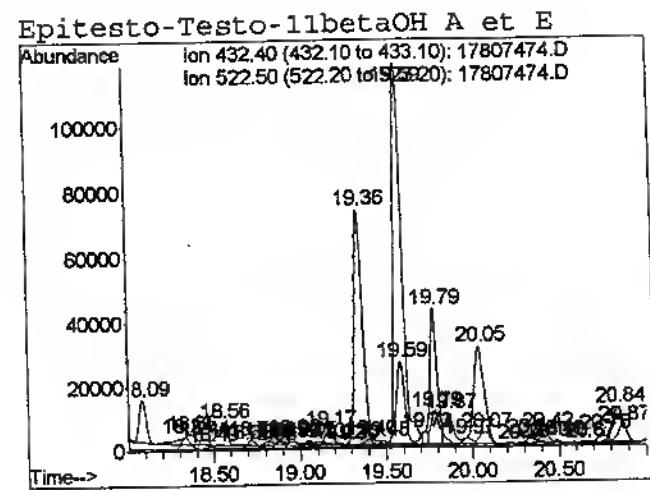
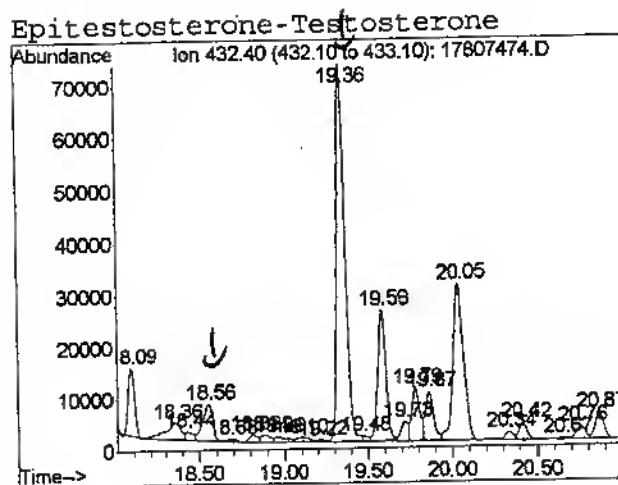
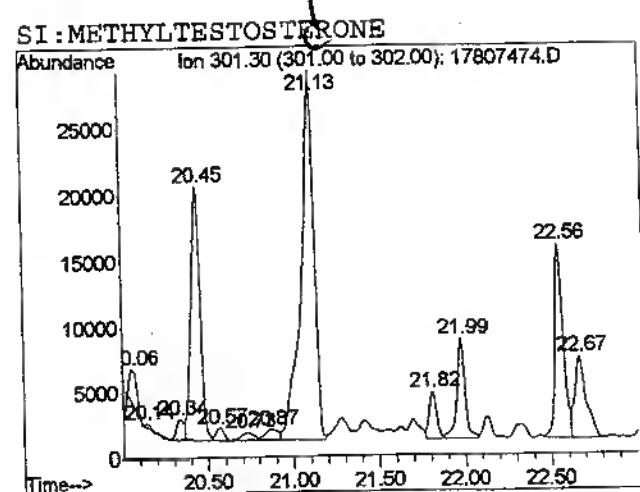
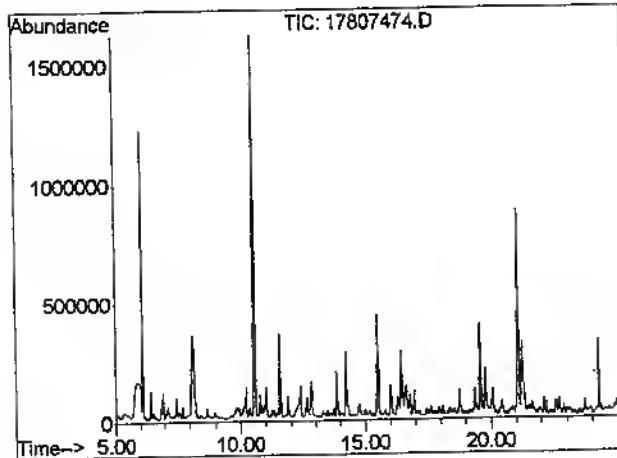
#	<u>Peak Type</u>	<u>Ret Time</u>	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	<u>Target Response</u>	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

### Calcul du rapport T/E

Surface Concentration  
10.7 9.8

File: D:\Msd20\juil06\2207\17807474.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: 178/07 995474 te  
Misc Info:  
Vial Number : 10

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2207\  
 Data File Name 1780774B.D  
 Operator 18  
 Date Acquired 7/22/2006 18:33  
 Acq. Method File MAN27  
 Sample Name 178/07 995474 te SSH  
 Vial Number 11  
 Calibration Title Quantification du rapport T/E  
 Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

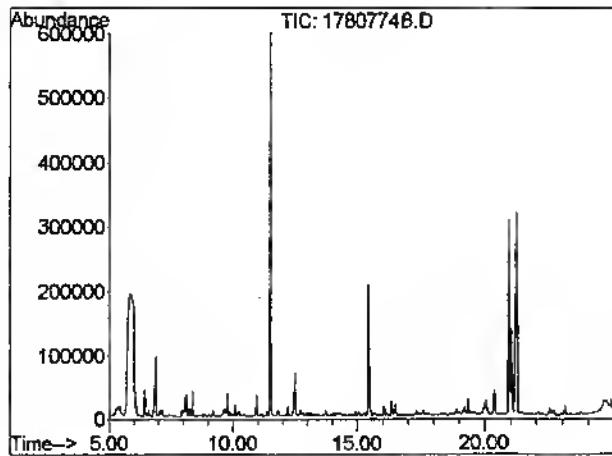
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
2)		18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
3)		19.36	432.4	testosterone	.55662	1.06	ng/mL

#### Calcul du rapport T/E

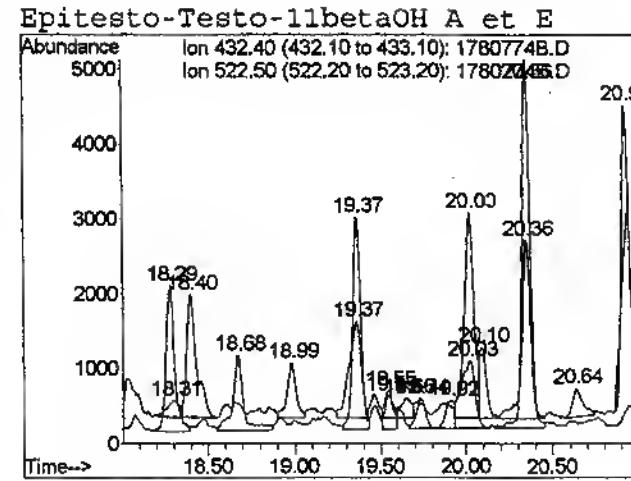
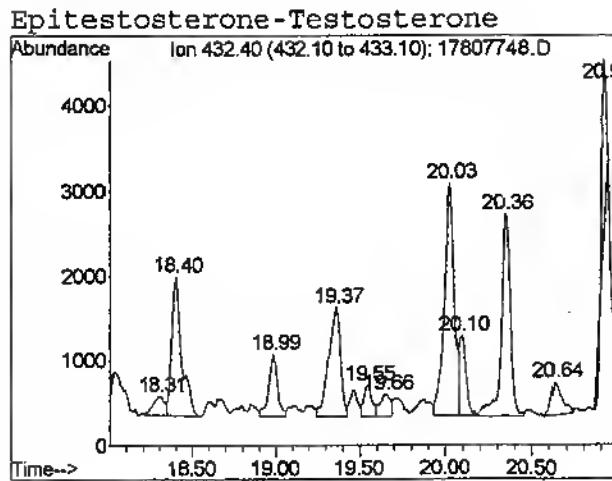
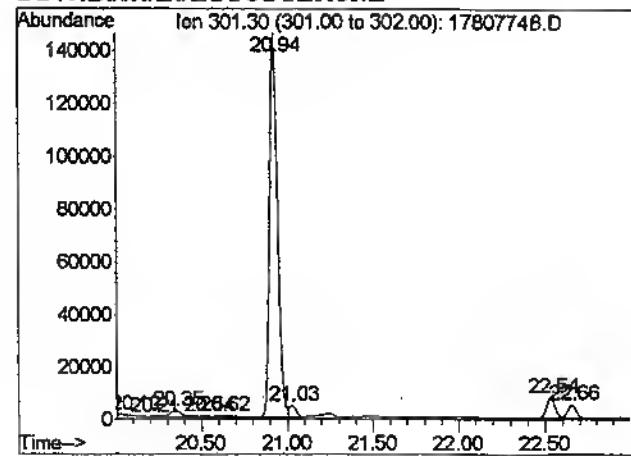
Surface	Concentration
11.2	10.2

File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: 178/07 995474 te SSH  
Misc Info:  
Vial Number : 11

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone

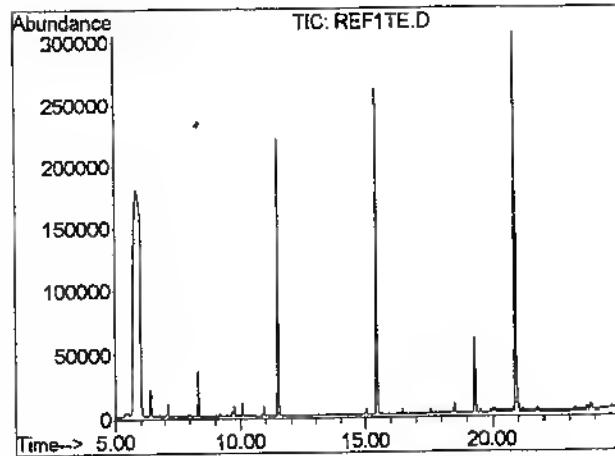


SI:METHYLTESTOSTERONE

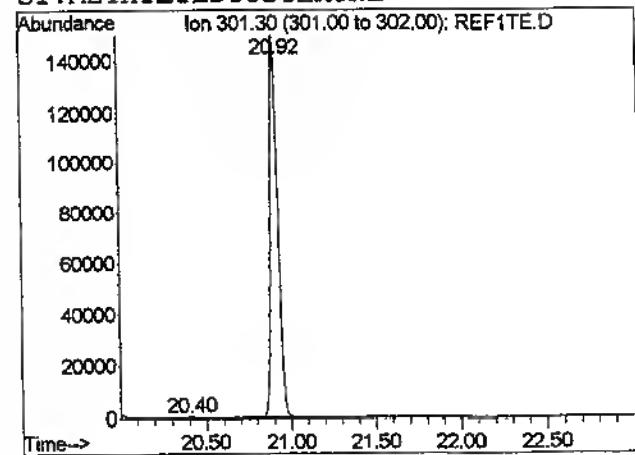


File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t30 eS  
Misc Info:  
Vial Number : 13

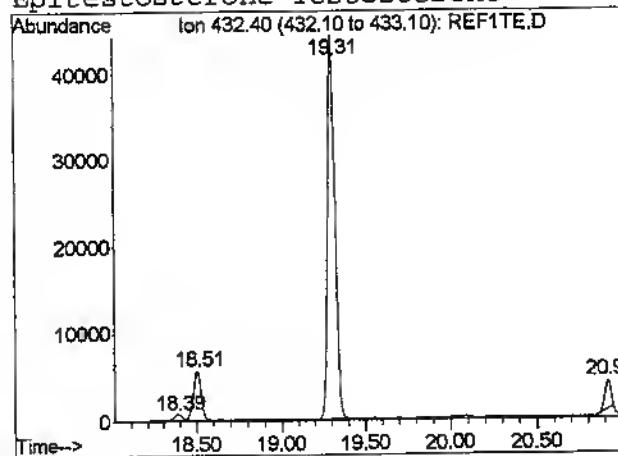
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



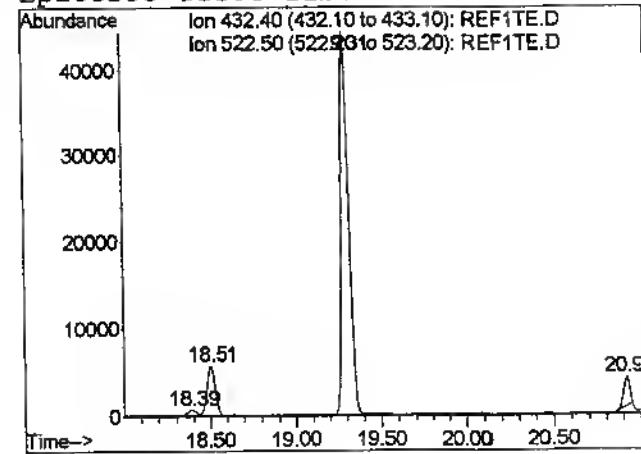
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

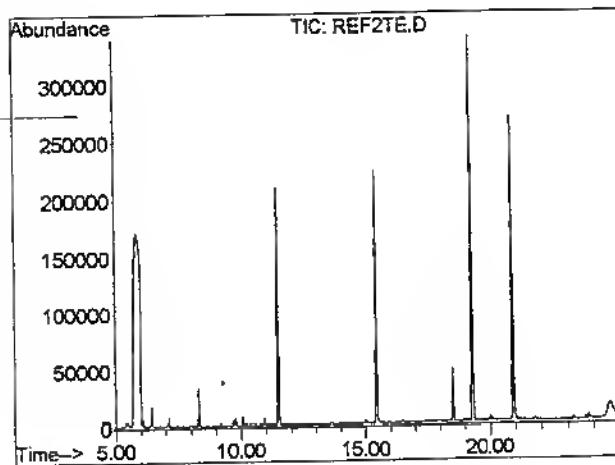


Epitesto-Testo-11betaOH A et E

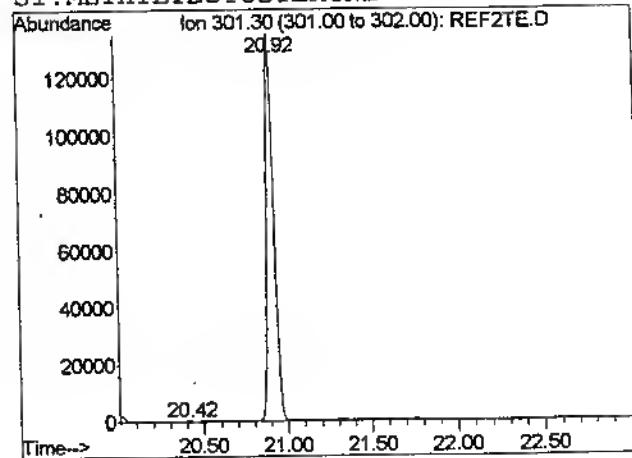


File: D:\Msd20\juil06\2207\REF2TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t180 e30  
Misc Info:  
Vial Number : 14

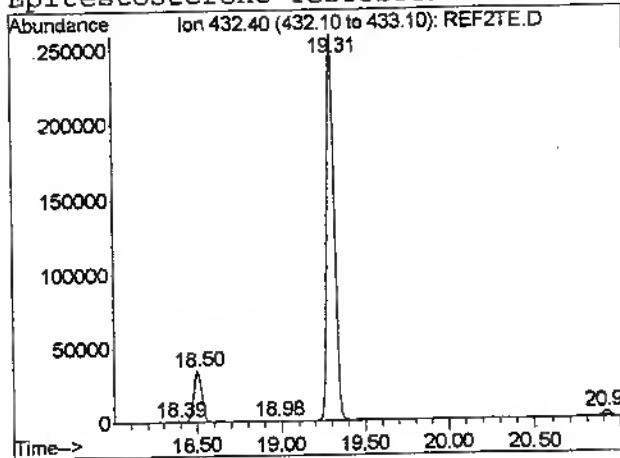
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



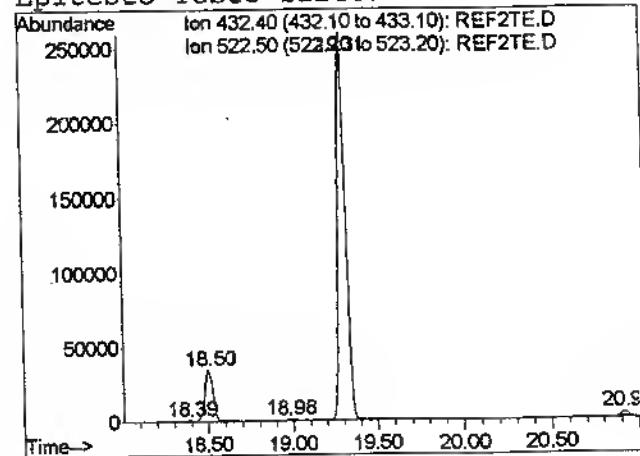
SI:METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

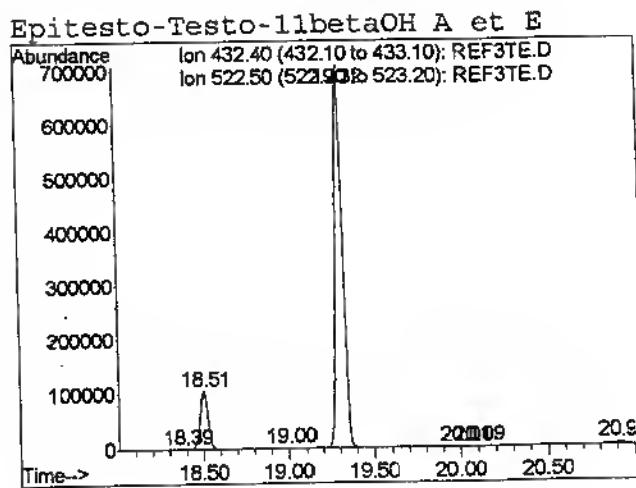
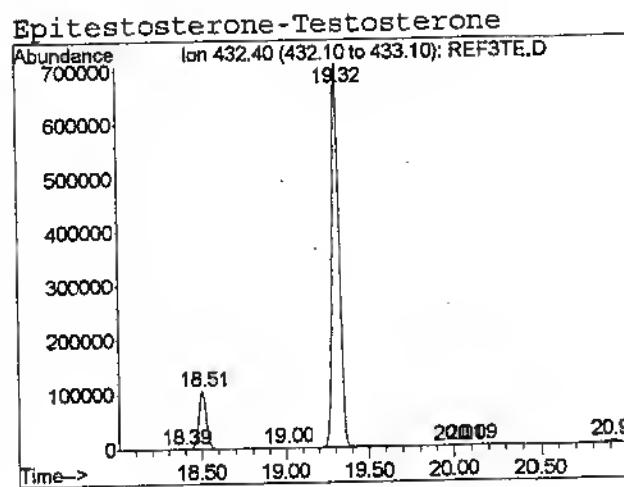
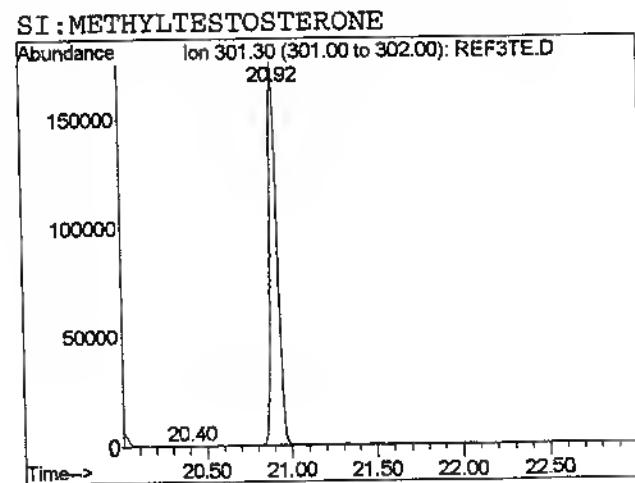
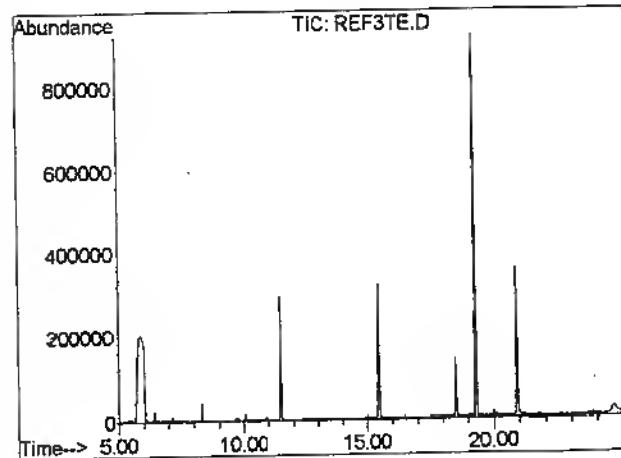


Epitest-Testo-11betaOH A et E



File: D:\Msd20\juil06\2207\REF3TE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: blu t360 e60  
Misc Info:  
Vial Number : 15

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



LNDD

## ENREGISTREMENT

Codification : E-CC-11

Version : B

Date : 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM  
(screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil :

MSD20

Date : 29/07/06

1 - Source d'ionisation

MSD      Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire  
           Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%  
           Repeller < 35  
 Polaris    Ion time > 2 ms

Oui	Non
✓	
✓	
✓	

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD      18/69 (H<sub>2</sub>O), 28/69 (N<sub>2</sub>), 32/69 (O<sub>2</sub>),  
           44/69 (CO<sub>2</sub>) < 10%  
 Polaris   Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
✓	

Observations :

3 - Sensibilité

Screening   Recal / Mix conforme  
 Conf       TP conforme - Fichier : TPIE  
           TP conforme - Fichier : TPIE  
           TP conforme - Fichier :  
           TP conforme - Fichier :  
           TP conforme - Fichier :  
           TP conforme - Fichier :

Oui	Non
✓	
✓	
✓	
✓	
✓	

Observations :

Code opérateur et paraphe : 18-CE

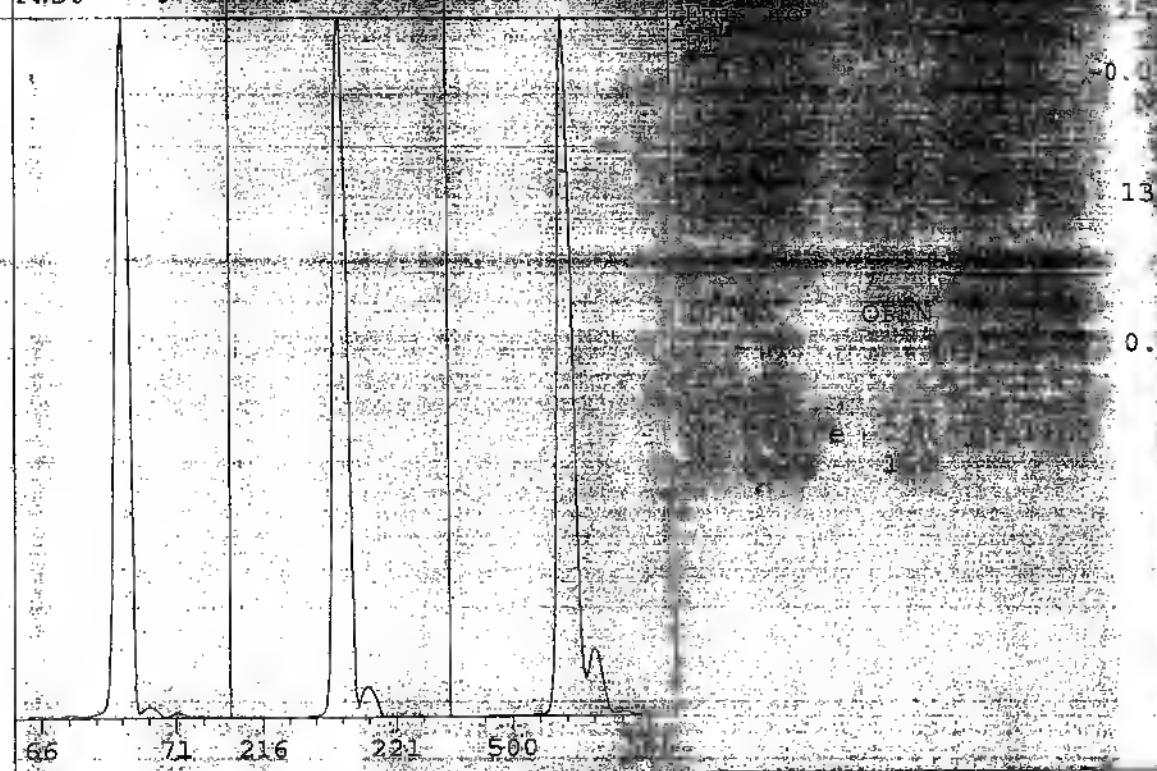
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

USADA 0219

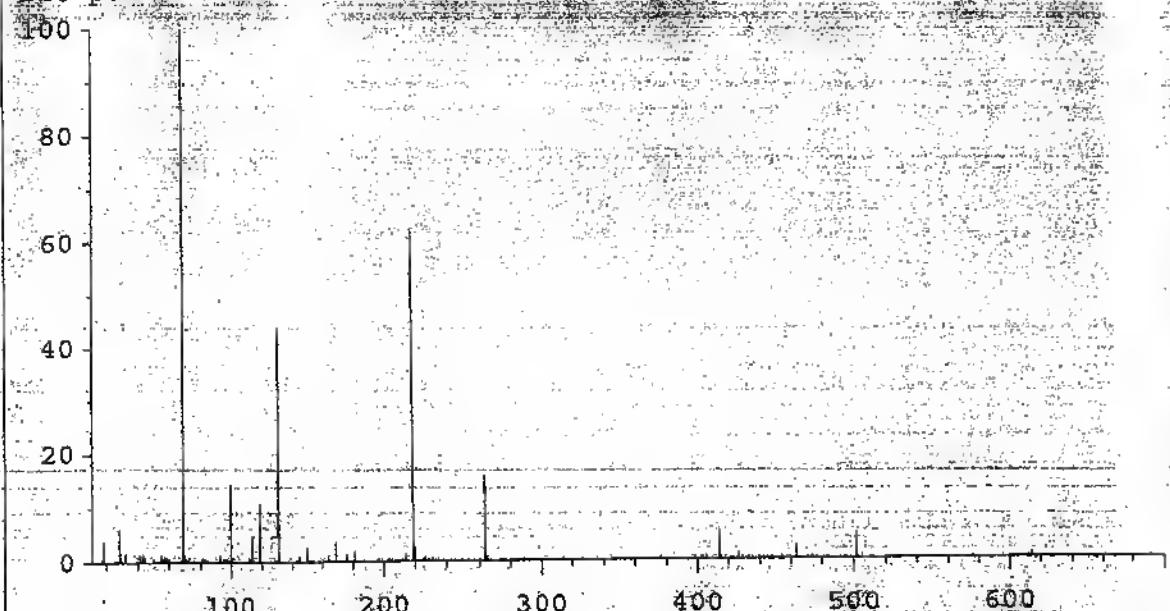
203

Instrument: MSD-205  
Sat Jul 22 12:19:20 2000

Mass 69.00000 121.00000 202.00000  
Ab. 4941981 ADD 5011447 ADD 5210031 ADD  
PW50 0.61 PW50 10.62 PW50 10.62



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
240 peaks Base: 69.00 Abundance: 441856

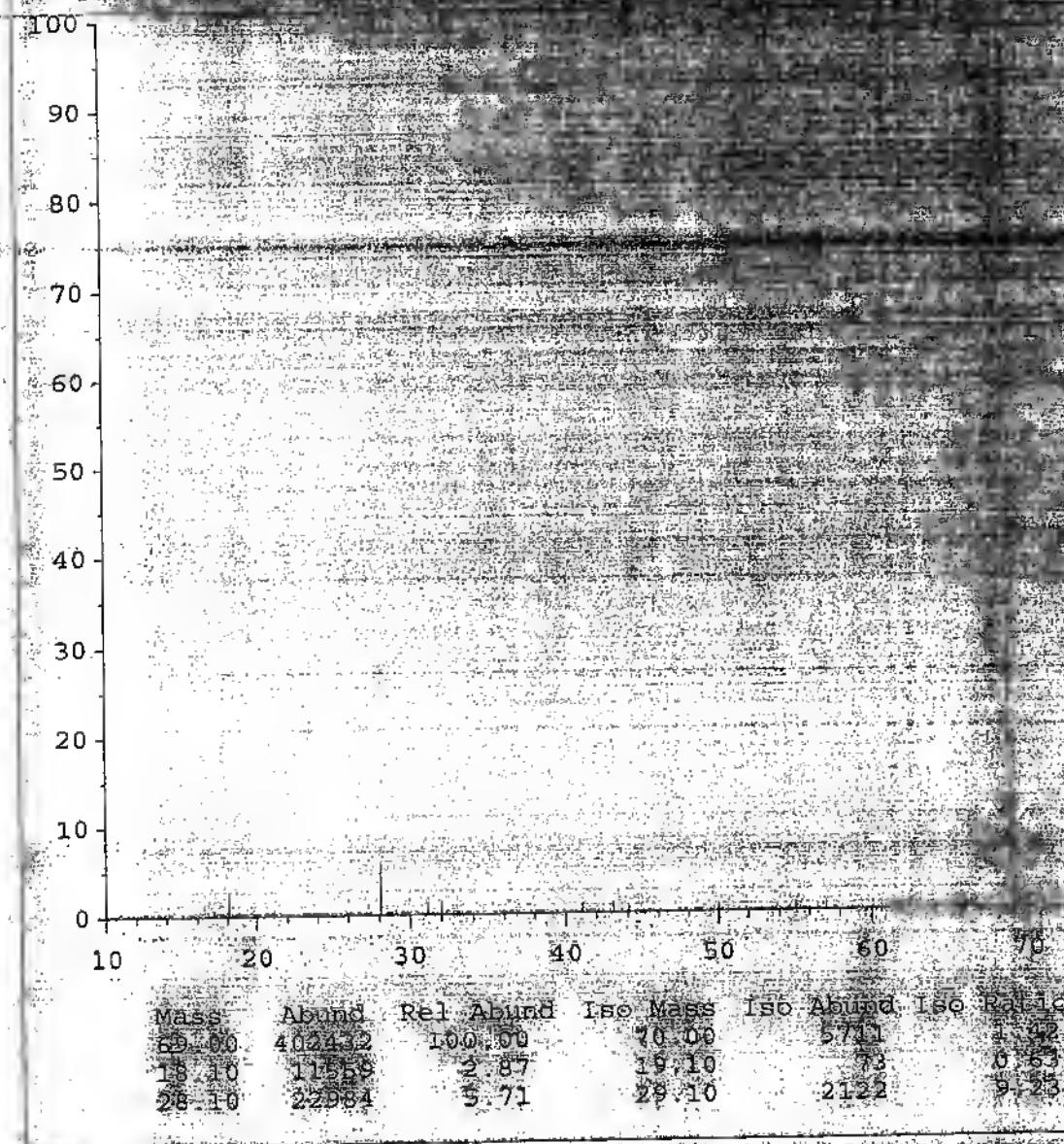


Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	441856	100.00	70.00	5589	1.49
219.00	273984	62.01	220.00	11981	4.37
502.00	21504	4.87	503.00	2108	9.80

USADA 0220

204

Inst:  
t: J  
Scan:  
64 psc



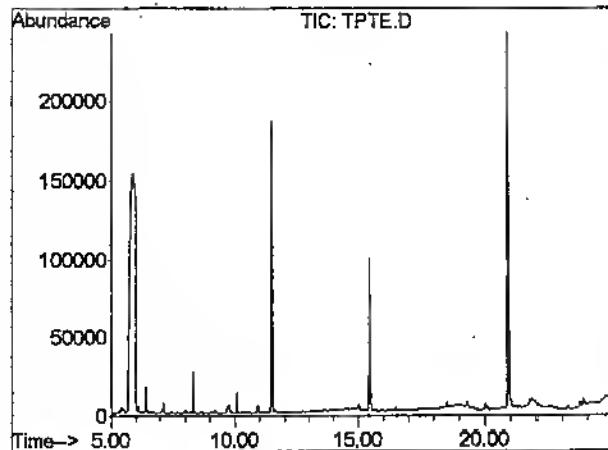
Current Params used:  
Rep = 29.5 Dmtl = 19.07 Entr = 14 FOCUS = 90 ENV = 1353

Relative abundances:

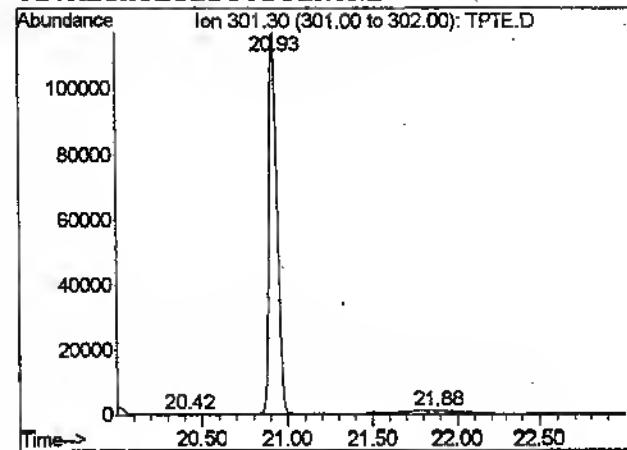
18/69 =	2.87	Water%
28/69 =	5.71	Nitrogen%
32/59 =	1.60	Oxygen%
44/69 =	0.89	Carbon Dioxide%
28/18 =	198.84	Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2207\TPTE.D  
Operator: 18  
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29  
Instrument: MSD 20  
Method File: MAN27  
Sample Name: tp te2  
Misc Info:  
Vial Number : 8

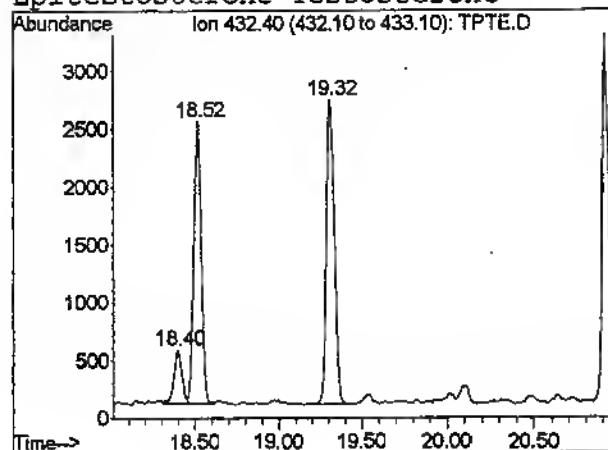
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



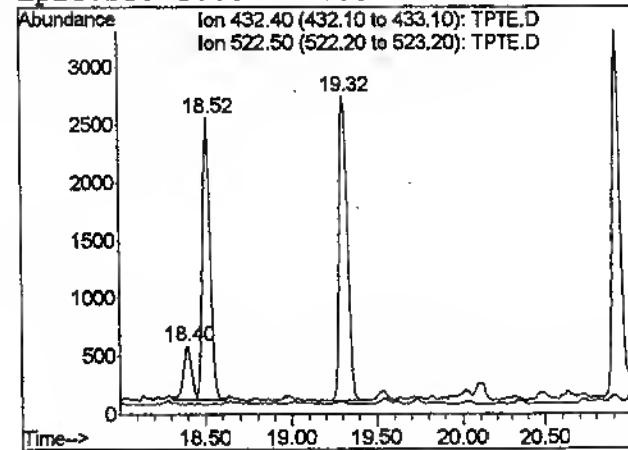
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone



Epitesto - Testo - 11betaOH A et E



LNDD

## ENREGISTREMENT

Code : E-FCR-04B  
 Version : E  
 Date : 29/05/2006  
 Page : 1/1

## FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E

Paraphe : *E*

Echantillon :

178/07 995474

Dilution : 1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto :

432

Ion de quantification SI :

301

Concentration de la référence 1 :

Testosterone:

30

Epitestosterone :

5

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 2 :

Testostérone:

180

Epitestosterone :

30

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 3 :

Testostérone:

360

Epitestosterone :

60

T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testosterone	Surface Epitestosterone
REF1	4680010	1359912	181309
REF2	4212735	7964015	1100720
REF3	5428625	21495301	3350917
17807474	1397296	2621497	244818

## RESULTAT DE L'ECHANTILLON

	Concentration Testosterone	Concentration E'pitestostérone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	
Valeur finale	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	10,7

## Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E ( en surface) : 4

Incertitude (liée à la méthode ) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%.

Valeur basse du rapport T/E : 7,5

Résultat :

Anormal : 

Valeur haute du rapport T/E : 13,9

Inclassable : Négatif : 

## Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1,025	PARAPHE <i>E</i>
Numéro du réfractomètre	2	
Densité corrigée :	1,025	
Facteur de correction	0,74	
Concentration corrigée de Testostérone	19,7	
Concentration corrigée d'Epitestostérone	1,3	

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0223

*207*